

Attorney Docket No. 04157/LH

**IN THE UNITED STATES PATENT
AND TRADEMARK OFFICE**

Applicant(s): T. YOSHITAKE et al.

Serial No. : 10/800,084

Filed : MARCH 10, 2004

For : PROJECTING FILM AND METHOD OF
FORMING THE SAME

Art Unit : 1752

Examiner : Not Yet Assigned

SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT(S)

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

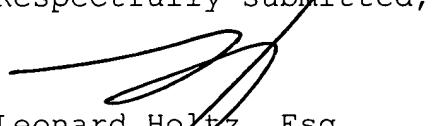
S I R :

Enclosed are:

Certified copy priority is claimed under 35 USC 119:

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filing Date:</u>
JAPAN	2001-273665	SEPTEMBER 10, 2001

Respectfully submitted,

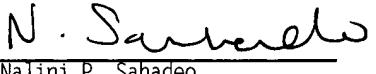

Leonard Holtz, Esq.
Reg. No. 22,974

August 17, 2004

Frishauf, Holtz, Goodman & Chick, P.C.
767 Third Avenue - 25th Floor
New York, New York 10017-2023
Tel. No. (212) 319-4900
Fax No. (212) 319-5101
LH:nps

CERTIFICATE OF MAILING

I hereby certify this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as First Class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231 on the date noted below.



Nalini P. Sahadeo

Dated: August 17, 2004

In the event that this Paper is late filed, and the necessary petition for extension of time is not filed concurrently herewith, please consider this as a Petition for the requisite extension of time, and to the extent not tendered by check attached hereto, authorization to charge the extension fee, or any other fee required in connection with this Paper, to Account No. 06-1378.

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2001年 9月10日
Date of Application:

出願番号 特願2001-273665
Application Number:

[ST. 10/C] : [JP2001-273665]

出願人 日本板硝子株式会社
Applicant(s):

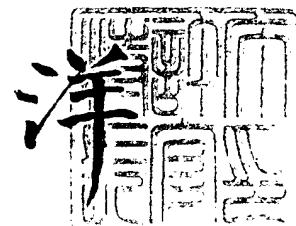
**CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT**

BEST AVAILABLE COPY

2004年 7月20日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願
【整理番号】 01P291
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 G02B 5/02
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7番28号 日本板硝子
株式会社内
【氏名】 吉武 哲也
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7番28号 日本板硝子
株式会社内
【氏名】 辻野 敏文
【特許出願人】
【識別番号】 000004008
【氏名又は名称】 日本板硝子株式会社
【代表者】 出原 洋三
【代理人】
【識別番号】 100069084
【弁理士】
【氏名又は名称】 大野 精市
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 012298
【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 9706787
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 無機材料からなる凸状膜及びその形成方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基板上に形成された凸状の凸状膜であって、無機材料から構成されていることを特徴とする凸状膜。

【請求項 2】 前記膜は、前記基板上に形成された第 1 の相と前記第 1 の相の上に形成された凸状の第 2 の相とから成ることを特徴とする請求項 1 に記載の凸状膜。

【請求項 3】 前記第 1 の相は、少なくとも 1 種類の第 1 の金属化合物がゲル化反応により固化した成分を含有し、前記第 2 の相は、前記第 1 の金属化合物よりゲル化反応速度が遅い少なくとも 1 種類の第 2 の金属化合物がゲル化反応した成分を含有することを特徴とする請求項 2 に記載の凸状膜。

【請求項 4】 前記膜の凸状部の径は可視光波長より大きいことを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 5】 前記膜の平均表面粗さ R_a が $1.0 \sim 1000 \text{ nm}$ であることを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 6】 前記膜の最大表面粗さ R_{max} が $1.0 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 7】 ヘイズ率が 1 % 以上であることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 8】 透過色調の値がハンターの色座標 (a, b) のベクトル和を 2 乗した値、 $|a^2 + b^2|$ で表して 1.0 以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 7 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 9】 前記膜に対し可視光を垂直に入射したときの散乱透過光の角度分布が立体角で表して $\pm 20^\circ$ の範囲であることを特徴とする請求項 1 乃至 8 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 10】 前記膜に対し可視光を垂直に入射したときの反射光の散乱角度分布が立体角で表して正反射角の $\pm 40^\circ$ の範囲であることを特徴とする請求項 9 記載の凸状膜。

【請求項 1 1】 反射型又は半透過型液晶表示装置に配される内部散乱層として用いられることを特徴とする請求項 1 乃至 10 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 1 2】 防眩膜として用いられることを特徴とする請求項 1 乃至 10 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 1 3】 複写機のコンタクトガラス又は自動車のサイドガラスの表面に形成されることを特徴とする請求項 1 乃至 10 のいずれか 1 項に記載の凸状膜。

【請求項 1 4】 少なくとも 1 種類の第 1 の金属化合物及び少なくとも 1 種類の第 2 の金属化合物、並びに少なくとも 1 種類の溶媒を混合したゾル状塗布液を前記基板上に塗布して塗布層を形成する形成工程と、前記塗布層を乾燥させて凸形状を形成する乾燥工程を有することを特徴とする凸状膜の形成方法。

【請求項 1 5】 前記第 2 の金属化合物は、前記第 1 の金属化合物よりもゲル化反応速度が遅いことを特徴とする請求項 1 4 に記載の凸状膜の形成方法。

【請求項 1 6】 前記第 2 の金属化合物は、前記第 1 の金属化合物に対して濡れ性が低いことを特徴とする請求項 1 5 記載の凸状膜の形成方法。

【請求項 1 7】 前記溶媒のうち少なくとも 1 種類は、 $\text{HO}-(\text{CH}_2)_n-\text{OH}$ で一般化される直鎖状で両端末に水酸基がついた $n = 2 \sim 10$ までのグリコール、又は $\text{HO}-(\text{CH}_2)_n(\text{CHOH})_m\text{OH}$ で一般化される多価アルコールの群から選択された単溶媒又は混合溶媒であることを特徴とする請求項 1 4 乃至 1 6 のいずれか 1 項に記載の凸状膜の形成方法。

【請求項 1 8】 前記第 1 の金属化合物及び前記第 2 の金属化合物の各々は、加水分解又は縮重合反応が可能な金属化合物であることを特徴とする請求項 1 4 乃至 1 7 のいずれか 1 項に記載の凸状膜の形成方法。

【請求項 1 9】 前記第 1 の金属化合物及び前記第 2 の金属化合物の各々は、珪素、アルミニウム、チタン、ジルコニウム、タンタルの群から選択された金属アルコキシドであることを特徴とする請求項 1 8 に記載の凸状膜の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、凸状膜及びその形成方法に関し、特に反射型液晶表示装置又は半透過型液晶表示装置、若しくは投射型ディスプレイ用透過スクリーン等に好適に用いられる光散乱反射基板の凸状膜及びその形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、モバイル表示機器等の表示手段としては、表示手段の消費電力を低減してバッテリを小さくするという観点から、液晶表示装置（以下「LCD」という。）として、自然光や室内光（以下、まとめて「外光」という。）の反射光を利用する反射型LCD若しくは外光の光量が大きいときは外光の反射光を利用し、外光の光量が小さいときはバックライトの光を利用する反射・透過併用型（以下「半透過型」という。）LCDが用いられている。

【0003】

モバイル表示機器のうち、特に、携帯電話やモバイルコンピュータでは、画像を高画質且つフルカラーで表示することが求められるので、例えば、これらに利用される反射型LCDには、明るさ増大のために開口率が高いこと、且つ視差のない画像を表示することが要請され、例えば、この要請を満たすものとして「月刊FPD Intelligence 2000年2月号（第66頁～第69頁）」に記載された内付け散乱反射板方式反射型LCDが知られている。

【0004】

図3は、従来の内付け散乱反射板方式反射型LCDの概略構成を示す断面図である。

【0005】

図3において、内付け散乱反射板方式反射型LCD10は、光を透過する一対のガラス基板1、2と、ガラス基板2の内面に積層され、入射光3を散乱させて、反射光4として反射する後述の反射膜5と、ガラス基板1の内面に積層され、特定の波長（色）の光のみを透過するカラーフィルタ6と、反射膜5とカラーフィルタ6との間に満たされ、透過する光を制御する液晶層7とを備える。

【0006】

なお、内付け散乱反射板方式反射型LCD10が備える各構成部分のうち、ガラス基板2と反射膜5とは光散乱反射基板8を構成する。

【0007】

図4は、図3における光散乱反射基板8の概略構成を示す断面図である。

【0008】

図4において、光散乱反射基板8は、ガラス基板2と、ガラス基板2上に積層され、凹凸形状を呈する光散乱膜11と、光散乱膜11の上に積層され、光散乱膜11の凹凸形状に沿った形状を呈する反射膜12とを備え、反射膜12は凹凸形状によって入射光を散乱して反射する。光散乱膜11と反射膜12は、上述の反射膜5を構成する。

【0009】

このような光散乱反射基板の製造技術が、特許第2698218号公報、特開2000-267086号公報等に下記のように記載されている。

【0010】

まず、第1の従来技術として、特許第2698218号公報の製造技術により製造された光散乱反射基板は、図5に示すように、ガラス基板20と、ガラス基板20上に点在する内部散乱層21と、ガラス基板20及び内部散乱層21の上に積層された反射膜22とを備える。この第1の従来技術は、ガラス基板20の一方の面に有機物である感光性樹脂を塗布する工程と、塗布された感光性樹脂を所定の形状にパターン化してマスキングし、露光し、且つ現像して多数の微細な凸状を形成する工程と、凸部を形成したガラス基板20に熱処理を施して凸部の角を丸めて内部散乱層21を形成する工程と、ガラス基板20及び内部散乱層21の上に蒸着法やスパッタリング法によって金属材料や誘電体等の無機材料からなる反射膜22を積層する工程とを有する。

【0011】

一方、第2の従来技術として、特開2000-267086号公報の製造技術によって製造された光散乱反射基板は、図6に示すように、ガラス基板30と、ガラス基板30上に積層された内部散乱層31と、内部散乱層31上に積層された反射膜32とを備える。

【0012】

内部散乱層31は、第1の樹脂の層33と、第1の樹脂の層33内の上部に分布すると共に第2の樹脂から成る複数の球形部34とから成る。球形部34は第1の樹脂の層33の上部に分布するため、内部散乱層31の表面は多数の微細な凸部を形成する。この第2の従来技術は、互いに相分離しやすい有機物である第1の樹脂と第2の樹脂を混合した混合樹脂液をガラス基板30に塗布する工程と、混合樹脂層を相分離させることにより多数の微細な凸部が表面に形成された内部散乱層31を形成する工程と、内部散乱層31の上に蒸着法やスパッタリング法によって金属材料からなる反射膜32を積層する工程とを有する。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上述した第1の従来技術は、感光性樹脂の塗布、マスキング、露光、現像、及び熱処理等の工程を有するフォトリソグラフ技術に基づくものであるため、製造工程が複雑であり且つ製造コストも高くなる。

【0014】

一方、第2の従来技術は、フォトリソグラフ樹脂の層分離技術に基づくものであり、フォトリソグラフ技術に基づくものではないので、上述の問題は発生しないが、内部散乱層31に有機材料が含まれているため、金属材料や誘電体等の無機材料からなる膜である反射膜32との密着性に乏しく、反射膜32が容易に剥離し易いという問題がある。また、反射膜32が蒸着法やスパッタリング等の真空成膜法により形成される際に、内部散乱層31から表面の吸着成分や内部の未反応成分がガスとして放出され、反射膜32の光学特性（反射率、屈折率、透過色調等）を変質させるという問題もある。

【0015】

このような無機材料から成る反射膜32との密着性のよい金属材料や誘電体等の無機材料を主骨格とした構造である薄膜の製造技術が、特許第2901833号公報等に記載されている。

【0016】

この製造技術により製造された薄膜は、金属アルコキシド系（又は金属アセチ

ルアセトネット系) 化合物から成る第1のゾル溶液と第2のゾル溶液から成り、第1のゾル溶液と第2のゾル溶液を混合した溶液をガラス基板に塗布することによりマイクロピット状の表層が形成される。

【0017】

しかし、この方法で形成された薄膜の凸状は選択された2種のゾル溶液の官能基ならびに分子量の大きさで制御されるものであり、径200nm程度以上の大きさの凸状部の径を形成することができず、可視光(400~800nm)を散乱する内部散乱層としてこの薄膜を使用することはできない。

【0018】

本発明の目的は、無機材料から成る反射膜との密着性を向上させると共に、反射膜の光学特性が変質するのを防止できる凸状膜、すなわち、膜の構成材料として有機材料を一切含まない凸状膜、及び少ない工程で凸状部の径の大きさを自在に制御することができる凸状膜の形成方法を提供することにある。

【0019】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記目的を達成するためになされたものであり、基板上に形成された凸状の凸状膜であって、無機材料から構成されていることを特徴とするものである。

【0020】

前記本発明において、好ましくは凸状膜が第1の相と第1の相の上に形成された凸状の第2の相からなり、さらに第1の相は少なくとも1種類の金属化合物がゲル化反応により固化した成分を含有し、第2の相は、第1の金属化合物よりゲル化反応速度が遅い、少なくとも1種類の第2の金属化合物がゲル化反応した成分を含有することが好ましい。このような本構成によれば、前記凸状膜は無機材料である酸化物固体からなり、有機材料を一切含まないので、金属や誘電体等の無機材料からなる反射膜との密着性が向上すると共に反射膜の光学特性が変質するのを防止することができる。

【0021】

また、本発明において膜の平均表面粗さRaが10nm以上のとき、凸状部の

径を可視光波長より大きくすることができるので、この凸状膜を内部散乱層として使用することができる。

【0022】

また、膜の平均表面粗さ R_a が 1000 nm 以下、好ましくは 10 ~ 300 nm、より好ましくは 20 ~ 200 nm であるときに、凸状膜は光散乱に適した凸状を呈することができる。

【0023】

また、凸状膜を液晶ディスプレイの光散乱反射基板として使用する場合、凸状膜の上に被覆された反射膜はオーバーコートにより平坦化する必要があり、膜の最大表面粗さ R_{max} が 10 μ m 以下、好ましくは 3 μ m 以下、より好ましくは 1 ~ 5 μ m 以下であるときに、このオーバーコートが高膜厚を要する必要なく、且つ光の散乱に適した凸状を呈することができる。

【0024】

さらに、凸状膜のヘイズ率については 1 % 以上、好ましくは 2 % 以上、より好ましくは 5 % 以上であるときに、凸状膜は内部散乱層に適した凸状を呈することができ、また、凸状膜の透過色調の値については、ハンターの色座標 (a, b) のベクトル和を 2 乗した値、 $|a^2 + b^2|$ で表して 10 以下、好ましくは 5 以下であるとき、透過光が着色されることがないので、透過モードで使用するのに最適な内部散乱層を形成することができる。

【0025】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態に係る凸状膜を有する光散乱反射基板の形成方法を図面を参照して詳述する。

【0026】

図 1 は、本発明の第 1 の実施の形態に係る凸状膜を有する光散乱反射基板の製造処理のフローチャートである。

【0027】

本処理は、後述するゾルゲル法を利用して反射型 LCD や半透過型 LCD に好適に用いられる光散乱反射基板を低コスト且つ高品質で製造する際に実行される

【0028】

一般に、ゾルゲル法とは金属の有機又は無機化合物溶液とし、溶液中で化合物の加水分解・縮重合反応を進ませてゾルをゲルとして固化し、ゲルの加熱によって酸化物固体を作成する方法である。

【0029】

なお、ゲル化反応とは、1種類又は複数種類の金属化合物が脱水縮重合反応により、金属-酸素-金属からなるネットワークを形成してポリマー化することである。

【0030】

また、上述したゾルゲル法を利用すると、塗布層の形成工程と乾燥工程という少ない工程を経るだけで凸状膜を形成することができるので、製造コストを低下させることができる。

【0031】

図1において、まず、複数種類の金属化合物及び溶媒を混合したゾル状塗布液を作成する（ステップS101）。

【0032】

混合される金属化合物としては珪素、アルミニウム、チタン、ジルコニウム、タンタルの群から選択された金属アルコキシドが用いられる。前記金属アルコキシドは入手が容易であり、常温・常圧で安定し、且つ毒性がなく、もって内部散乱層の製造工程を容易にして製造コストを下げることができることに加え、可視光域において光学的吸収を生ずることが無いため、透過光が着色されがなく、透過モードで使用するのに最適な凸状膜を形成することができる。

【0033】

また、混合される溶媒のうち少なくとも1種類として、 $\text{HO}-(\text{CH}_2)_n-\text{OH}$ で一般化される直鎖状で両端末に水酸基がついた $n = 2 \sim 10$ までのグリコール、又は $\text{HO}-(\text{CH}_2)_n(\text{CHOH})_m\text{OH}$ で一般化される多価アルコールの群から選択された表面張力の大きい（例えば30dyn/cm以上）単溶媒又は混合溶媒が有効であり、前記溶媒を使用することにより、複数種類の金属化合物の相分離を効率よく行えるこ

とが経験的に分かっている。

【0034】

さらに、混合される溶媒としては、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等のアルコール類、アセトン、アセチルアセトン等のケトン類、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル等のエステル類、ブチルセロソルブ等のセロソルブ類等が用いられる。

【0035】

次いで、ステップS102において、ステップS101で作成されたゾル状塗布液をガラス基板40上に塗布して混合層41を形成する（図2（a））。

ゾル状塗布液の塗布方法としては、公知の技術が用いられ、例えば、スピンドルコーター、ロールコーティング、スプレーコーター、もしくはカーテンコーティング等の装置を用いる方法、浸漬引き上げ（ディップコーティング）法、流し塗り（フローコーティング）法、又はスクリーン印刷、グラビア印刷等の各種印刷法が用いられる。

【0036】

続く、ステップS103では、ガラス基板40上に形成された混合層41の乾燥（ゾル状塗布液に含有される溶媒の蒸発）を行い、凸状を形成する。混合層41の乾燥方法としては、ゾル状塗布液中の溶媒を蒸発させることができればよく、例えば、風乾、もしくは混合層41を100℃以上に加熱する方法が用いられ、溶媒の沸点が高く、かつ、蒸発速度が遅いときは、200℃以上に加熱する方法が用いられる。

【0037】

上述のいずれの乾燥方法によっても混合層41が乾燥する際に、後述する凸状形成メカニズムにより、複数種類の金属化合物の相分離が進み、混合層41の表面が凸状を呈し、混合層41は光散乱機能を有する内部散乱層となる。

【0038】

凸形状が形成されるメカニズムについては不明な点も多いが、本発明者は以下に説明する仮説を類推するに至った。

【0039】

混合層41に含有される複数種類の金属化合物の各々について、その加水分解又は縮重合反応の速度（以下「ゲル化反応速度」という。）が互いに異なれば、複数種類の金属化合物のうち最もゲル化反応速度が速い少なくとも1つの種類の金属化合物（以下「A群」という。）が選択的にゲル化反応による固化を開始し、平坦な形状で固定してガラス基板40の表面上にA相42を形成する（図6（b））。

【0040】

また、A相42が固化する際に、A群よりゲル化反応速度が遅い他の種類の金属化合物（以下「B群」という。）がA相42の表面上に液滴としてしみ出す。このとき、B群のA群に対する濡れ性が低ければ、しみ出したB群は液滴形状を保持したままゲル化反応による固化を開始して突起形状のB相43として固化する（図6（b））。

【0041】

このとき形成される内部散乱膜の凸形状は、図2（b）に示すようなA相42が露出したものだけでなく、A相42の表面すべてがB相43で覆われるようなものでもよく、いずれの形状であっても、凸状膜の凸状部の径が可視光波長より大きいとき、可視光を散乱する内部散乱層としてこの凸状膜を使用することができる。

【0042】

凸状部の径の大きさは、ゾル状塗布液の塗布厚みを選択するだけという少ない工程で制御可能であり、この方法により可視光波長より大きな径に制御することによって、内部散乱層としてこの凸状膜を使用することができる。

【0043】

また、その他の凸状部の径の制御方法として、金属アルコキシドの加水分解又は縮重合反応の過程で酸触媒等を利用してゲル化反応速度を制御してもよく、ゲル化反応速度を制御するためには酸触媒の濃度や反応時間等を制御すればよい。

【0044】

また、A相42においてはゲル化反応速度が速い金属化合物（A群）のゲル化反応により固化した成分がリッチであり、B相43においてはゲル化反応速度が

遅い金属化合物（B群）のゲル化反応により固化した成分がリッチであるが、A群とB群を厳密にA相42とB相43に相分離させる必要はなく、A相42に多少のB群、若しくはB相43に多少のA群が含まれていてもよい。

【0045】

図1において、ステップS104において形成された内部散乱層の上に反射膜44を積層し（図2（C））、本処理を終了する。

【0046】

積層される反射膜44は、内部散乱層の凸形状の上に均一の厚さで積層されるため、反射膜44も凸形状を呈する。

【0047】

反射膜44としては金属薄膜、又は50%以上の反射率を有する誘電体の薄膜が用いられる。

【0048】

反射膜44の材料に金属薄膜を用いる場合は、アルミニウム、銀、若しくはこれらの金属を主成分とする合金から選択され、金属薄膜は単層でも、複数種類の金属からなる複層でもよい。

【0049】

一方、反射膜44の材料に誘電体の薄膜を用いる場合は、反射膜44は、低屈折率層と高屈折率層とからなる一組が複数積層された多層膜として形成される。低屈折率層の材料としては、酸化珪素、若しくはフッ化マグネシウムが主に用いられ、高屈折率層の材料としては、酸化チタン、若しくは酸化タンタルが主に用いられる。誘電体薄膜は、光学的吸収を生ずることがないため、半透過膜として好適に用いられる。

【0050】

また、外光を目視方向に集中させることにより明るい表示画像をもつ半透過型LCDを実現する場合、内部散乱層は、反射光の散乱角度分布が立体角で表して正反射角の±40°の範囲、透過光の散乱角度分布が立体角で±20°の範囲となることが望ましい。

【0051】

この凸状膜は、反射型LCD又は半透過型LCDに設けられる内部散乱層として好適に用いられるが、後方散乱が起きにくいのでリアプロジェクション型TVディスプレイ等に設けられる透過拡散板として用いてもよい。また、光の反射率を制御できるので防眩膜（Anti-glare膜）として用いてもよいし、複写機のコンタクトガラスや自動車のサイドガラス等の表面に形成することにより低摩擦板として用いてもよい。

【0052】

【実施例】

以下に、本発明の実施例を具体的に説明する。

【0053】

（実施例1）

第1の金属化合物として、珪素アルコキシドであるエチルシリケート40（コルコート社製）を20gと、触媒として0.1規定の塩酸3.6gと、溶媒としてエチルセロソルブ（2-エトキシエタノール 関東化学社製）16.4gとを混合し、且つ室温で24時間攪拌して珪素化合物原液Xを作製した。

【0054】

第2の金属化合物として、チタンアルコキシドであるオルトチタン酸テトライソプロピル17.6gと、キレート化剤としてアセチルアセトン12.4gとを混合し、且つ室温で24時間攪拌してアセチルアセトンをキレート配位させたチタン化合物原液Xを作製した。

【0055】

次いで、珪素化合物X3.75gとチタン化合物X4.55gと溶媒としてエチレングリコール10gと、エチルセロソルブ31.7gとを混合し、且つ攪拌してゾル状塗布液Xを作製した。

【0056】

作製されたゾル状塗布液の組成は、金属原料が全て無機化したとすると3.0質量%の固形分となる。

【0057】

100mm×100mm×厚さ0.5mmのソーダライムシリケートガラス基

板の一方の面に、塗布液Xを回転速度1000 rpmで15秒間スピンドルティングした。

【0058】

その後、塗布液Xが塗布されたガラス基板を300°Cで3分間乾燥処理し、塗布液Xをゲル化反応させてガラス基板上に内部散乱層を得た。

【0059】

得られた内部散乱層を走査型電子顕微鏡（SEM）により断面観察した結果、凸部の傾斜角は0～4°の範囲であった。

【0060】

また、触針式の粗さ計（TENNCOORE INSTRUMENTS社製 ALPHA-STEP500SURFACE PROFILER）で内部散乱層の表面を50 μm/秒の速度で触針を500 μmスキヤニングすることにより、表面粗さを測定した結果、Raは31.5 nm、Rmaxは46.3 nmであった。また、光学顕微鏡で観察すると、内分散乱層の表面に直径3 μm前後の凸形状が見られた。

【0061】

また、内部散乱層のヘイズ率を測定したところ8.6%であり、内分散乱層の透過色調を測定したところ0.08（(a, b) = (0.2, -0.2)）であった。

【0062】

さらに、内部散乱層の散乱透過光の角度分布を瞬間マルチ測定システム（大塚電子（株）社製 MCPD-1000）で内部散乱層に標準光源D65を照射し、その散乱透過光の角度分布を測定したところ、その角度範囲は±10°であり、反射光の散乱角度範囲は±20°であった。

【0063】

次に、内部散乱層の表面に、スパッタリング法によって厚さ10 nmの酸化珪素と、厚さ85 nmの金属アルミニウムと、厚さ20 nmの酸化珪素とが光散乱膜側から順に積層された3層構造の反射膜を成膜して光散反射基板を得た。

【0064】

また、反射光の散乱角度分布を変角光沢計（スガ試験器（株）社製UGV-6

P) により測定した。入射光を光散乱反射基板の表面に対する法線方向から-30°の角度をもって入射させた時の反射光の角度依存性を測定した。反射光が均一に分布する角度範囲である散乱角度範囲を正反射方向である+30°を中心(0°)として測定した。

【0065】

得られた光散乱基板の散乱角度範囲は±15°であり、実用に供することが可能な散乱特性を示した。

【0066】

この光散乱反射基板について、クロスカットテープ剥離評価法（JIS K5400 3.5）により、凸状膜とその上に形成した反射膜との界面の密着力、及び凸状膜とガラス基板との界面の密着力を評価した。クロスカットで1mm×1mmの碁盤目に区分された100カ所の部分のうち剥離しなかった部分の数は、内分散層と反射膜との界面及び、内分散層とガラス基板との界面のいずれにおいても、100カ所全てであった。

【0067】

(実施例2)

実施例1で用いた珪素化合物X 2.5gと実施例1で用いたチタン化合物X 3.0gと溶媒としてエチレングリコール10gと、エチルセロソルブ34.5gとを混合し、且つ攪拌してゾル状塗布液Yを作製した。

【0068】

作製されたゾル状塗布液の組成は、金属原料が全て無機化したとすると2.0質量%の固形分となる。

【0069】

100mm×100mm×厚さ0.5mmのソーダライムシリケートガラス基板の一方の面に、塗布液Xを回転速度1000rpmで15秒間スピンドルティングした。

【0070】

その後、塗布液Xが塗布されたガラス基板を300°Cで3分間乾燥処理し、塗布液Xをゲル化反応させてガラス基板上に内部散乱層を得た。

【0071】

得られた内部散乱層を走査型電子顕微鏡（S E M）により断面観察した結果、凸部の傾斜角は0～3°の範囲であった。

【0072】

また、実施例1と同様の方法で表面粗さを測定した結果、 R_a は25.5 nm、 R_{max} は36.3 nmであった。また、光学顕微鏡で観察すると、内部散乱層の表面に直径2 μm前後の凸形状が見られた。

【0073】

また、内部散乱層のヘイス率を測定したところ6.2%であり、内部散乱層の透過色調を測定したところ0.05（（a、b）=（0.2、-0.1））であった。

【0074】

さらに、実施例1と同様の方法で、散乱透過光の角度分布を測定したところ、その角度範囲は±8°であり、反射光の散乱角度範囲は±15°であり、実用に供することが可能な散乱特性を示した。

【0075】

次に、実施例1と同様の方法で、内部散乱層の表面に3層構造の反射膜を成膜して光散反射乱基板を得た。

【0076】

実施例1と同様の方法で、散乱角度範囲を測定し、測定された散乱角度範囲は±10°であり、実用に供することが可能な散乱特性を示した。

【0077】

この光散反射乱基板について、クロスカットテープ剥離評価法（J I S K 5 4 0 0 3.5）により、凸状膜とその上に形成した反射膜との界面の密着力、及び凸状膜とガラス基板との界面の密着力を評価した。クロスカットで1 mm×1 mmの碁盤目に区分された100カ所の部分のうち剥離しなかった部分の数は、内部散乱層と反射膜との界面及び、内部散乱層とガラス基板との界面のいずれにおいても、100カ所全てであった。

【0078】

(比較例1)

実施例1で用いた珪素化合物X 7. 5 gと溶媒としてエチレングリコール10 gと、エチルセロソルブ32. 5 gとを混合し、且つ攪拌してゾル状塗布液Uを作製した。

【0079】

作製されたゾル状塗布液の組成は、金属原料が全て無機化したとすると3. 0 質量%の固形分となる。

【0080】

100mm×100mm×厚さ0. 5mmのソーダライムシリケートガラス基板の一方の面に、塗布液Uを回転速度1000 rpmで15秒間スピンドルコートした。

【0081】

その後、塗布液Uが塗布されたガラス基板を300°Cで3分間乾燥処理し、塗布液Uをゲル化反応させてガラス基板上に内部散乱層を得た。

【0082】

得られた内部散乱層を走査型電子顕微鏡（SEM）により断面観察した結果、凸状の膜は形成されず、平坦な膜が形成されていることが判った。これは、ゾル状塗布液U中に金属化合物を1種類しか含有させなかつたので、相分離が起らなかつたことによるものと推察された。

【0083】

さらに、実施例1と同様の方法で、散乱透過光の角度分布を測定したところ、その角度範囲は±1°程度と非常に狭く、内部散乱層を通過した光はほとんど散乱しないことが分かった。また、反射光の散乱角度範囲も±3°程度と非常に狭く内部散乱層の反射光はほとんど正反射であることが分かった。

【0084】

以上の結果より、比較例1で得られた内部散乱層は、実用に供することができない光学特性を示すことが分かった。

【0085】

(比較例2)

100mm×100mm×厚さ0.5mmのソーダライムシリケートガラス基板の一方の面に、感光性樹脂（東京応化社製：商品名O F P R - 8 0 0）の膜を1.2μmの厚みになるようにスピンドルコートで成膜した。

【0086】

その後、感光性樹脂が塗布されたガラス基板を100℃で30秒間プリベークした後、フォトマスクを用いてUV露光を行った。

【0087】

フォトマスクのパターン形状は、6μmの直径の円形の透明部がランダムに配置されたものを用いた。

【0088】

次に、現像剤（東京応化社製：商品名NMD-3）を使用して現像処理を行い、ガラス基板上に円柱状の微細な凸部を形成し、さらに200℃で60分の加熱を行い、凸部の角を丸めた。

【0089】

角が丸められ微細な凸部が形成されたガラス基板に、さらに感光性樹脂を厚さ0.3μmになるようにスピンドルコートで成膜し、次いで200℃で60分の加熱を行い、凸部の角をさらに丸めてガラス基板上に内部散乱層を形成した。

【0090】

得られた光散乱膜を有するガラス基板を実施例1と同様に、SEMにより内部散乱層の断面方向から観察した。その結果、凸部の傾斜角は0～8°の範囲であった。

【0091】

さらに、実施例1と同様の方法で、散乱透過光の角度分布を測定したところ、その角度範囲は±20°程度であり、反射光の散乱角度範囲は±40°程度と内部散乱層として実用に供することが可能である。

【0092】

次に、得られた内部散乱層の表面に、スパッタリング法により実施例1と同様の3層構造の反射膜を成膜して光散乱反射基板を得た。この光散乱反射基板について、内部散乱層と反射膜との界面の密着力を評価した。

【0093】

その結果、クロスカットで $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ の碁盤目に区分された 100 カ所の部分のうち剥離しなかった部分の数は、内部散乱層と反射膜との界面において、わずかに 30 カ所であり、この密着力はきわめて低く工業的に実用に供することができないことが分かった。これは、光散乱膜が有機材料で構成されていることによるものと推察された。

【0094】

以上の結果を表 1 にまとめた。実施例 1, 2 の各種特性が示す通り、本発明の実施の形態に係る凸状膜である内部散乱層は、その散乱透過光の角度分布及び反射光の散乱角度分布が比較例 1 に対して実用に供することのできる分布であることが示され、さらに内部散乱層と反射膜との界面の密着性が比較例 2 に対して良好であることが示された。

【0095】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2
凸部の傾斜角	$0 \sim 4^\circ$	$0 \sim 3^\circ$	凸部なし	$0 \sim 8^\circ$
R _a	31.5nm	25.5nm		
R _{max}	46.3nm	36.3nm		
凸部の直径	3 μ 前後	2 μ 前後		6 μ 前後
ヘイス率	8.60%	6.20%		
透過色調	0.08	0.05		
透過光の散乱角度範囲	$\pm 10^\circ$	$\pm 8^\circ$	$\pm 1^\circ$	$\pm 20^\circ$
反射光の散乱角度範囲	$\pm 20^\circ$	$\pm 15^\circ$	$\pm 3^\circ$	$\pm 40^\circ$
ミラー成膜後の反射光の散乱角度範囲	$\pm 15^\circ$	$\pm 10^\circ$		
クロスカットテープ剥離評価法による剥離箇所	0%	0%		70%

【0096】

【発明の効果】

以上詳述したように、本発明の請求項 1 記載の凸状膜によれば、無機材料から構成された膜であるので、金属や誘電体等の無機材料からなる反射膜との密着性が向上すると共に、反射膜の光学特性が変質するのを防止することができる。

【0097】

また、請求項 2 記載の凸状膜によれば、請求項 1 記載の発明によって叶えられる効果に加え、反射光の散乱に適した凹凸形状を呈することができる。

【0098】

また、請求項3記載の凸状膜によれば、請求項2記載の発明によって叶えられる効果に加え、第2の相が第1の相の上に形成されるように相分離することができる。

【0099】

また、請求項4記載の凸状膜によれば、請求項1乃至3記載の発明によって叶えられる効果に加え、可視光を散乱する内部散乱層としてこの凸状膜を使用することができる。

【0100】

また、請求項5記載の凸状膜によれば、請求項1乃至4記載の発明によって叶えられる効果に加え、反射光の散乱に適した凸状を呈することができる。

【0101】

また、請求項6記載の凸状膜によれば、請求項1乃至5記載の発明によって叶えられる効果に加え、凸状膜は光の散乱に適した凸状を呈することができる。

【0102】

また、請求項7記載の凸状膜によれば、請求項1乃至6記載の発明によって叶えられる効果に加え、凸状膜は光の散乱に適した凸状を呈することができる。

【0103】

また、請求項8記載の凸状膜によれば、請求項1乃至7記載の発明によって叶えられる効果に加え、透過光が着色されることがないので、透過モードで使用するのに最適な凸状膜を形成することができる。

【0104】

また、請求項9記載の凸状膜によれば、請求項1乃至8記載の発明によって叶えられる効果に加え、透過光の散乱に適した凸状膜を形成することができる。

【0105】

また、請求項10記載の凸状膜によれば、請求項9記載の発明によって叶えられる効果に加え、反射光の散乱に適した凸状膜を形成することができる。

【0106】

また、請求項14記載の凸状膜の形成方法によれば、ゾル状塗布液を塗布して

塗布層を形成する工程と塗布層を乾燥させる工程という少ない工程を経るだけで凸状膜を形成することができるので、製造コストを低下させることができる。

【0107】

また、請求項15記載の凸状膜の形成方法によれば、請求項14記載の発明によって叶えられる効果に加え、第2の相が第1の相の上に形成されるように塗布されたゾル状塗布液をゲル化反応により固化させて相分離させることができる。

【0108】

また、請求項16記載の凸状膜の形成方法によれば、請求項15記載の発明によって叶えられる効果に加え、第2の相は液滴形状として第1の相の上にしみ出すことができ、液滴形状を保持したままゲル化反応により固化することができる。その結果、第2の相の形状を光散乱に適した凸状とすることができます。

【0109】

また、請求項17記載の凸状膜の形成方法によれば、請求項14乃至16記載の発明によって叶えられる効果に加え、相分離を効率よく行うことができる。

【0110】

また、請求項18記載の凸状膜の形成方法によれば、請求項14乃至17記載の発明によって叶えられる効果に加え、塗布されたゾル状塗布液のゲル化反応による固化を促進することができる。

【0111】

さらに、請求項19記載の凸状膜の形成方法によれば、請求項18記載の発明によって叶えられる効果に加え、入手が容易であり、常温・常圧で安定し、毒性がなく、もって光散乱膜の製造工程を容易にして製造コストを下げることができるので加え、形成された光散乱膜は可視光域において光学的吸收を生ずることがなく、このような光散乱膜を有する光散乱反射基板を半透過型LCD又は投写方ディスプレイに好適に用いることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の実施の形態に係る凸状膜を有する光散乱反射基板の製造処理のフローチャートである。

【図2】

本発明の光散乱反射基板の製造工程説明図である。

【図3】

従来の内付け散乱反射板方式反射型LCDの概略構成を示す断面図である。

【図4】

図3における光散乱反射基板8の概略構成を示す断面図である。

【図5】

第1の従来技術の光散乱反射基板の断面図である。

【図6】

第2の従来技術の光散乱反射基板の断面図である。

【符号の説明】

1, 2, 20, 30, 40 ガラス基板

3 入射光

4 反射光

5 反射膜

6 カラーフィルタ

7 液晶層

8 光散乱反射基板

10 内付け散乱反射板方式反射型LCD

11 光散乱膜

12, 22, 32 反射膜

21, 31 内部散乱層

33 第1の樹脂の層

34 第2の樹脂から成る球形部

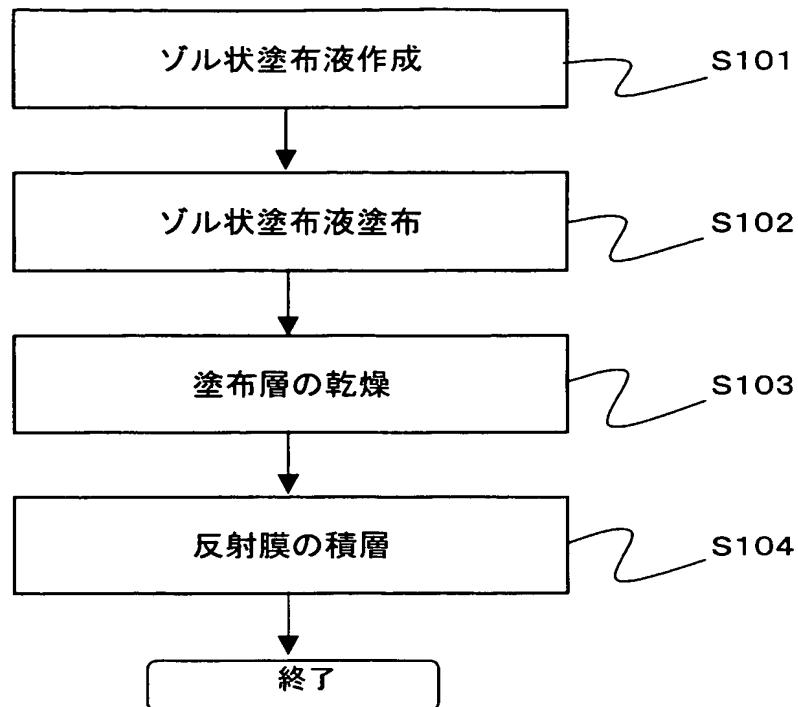
41 混合層

42 A相

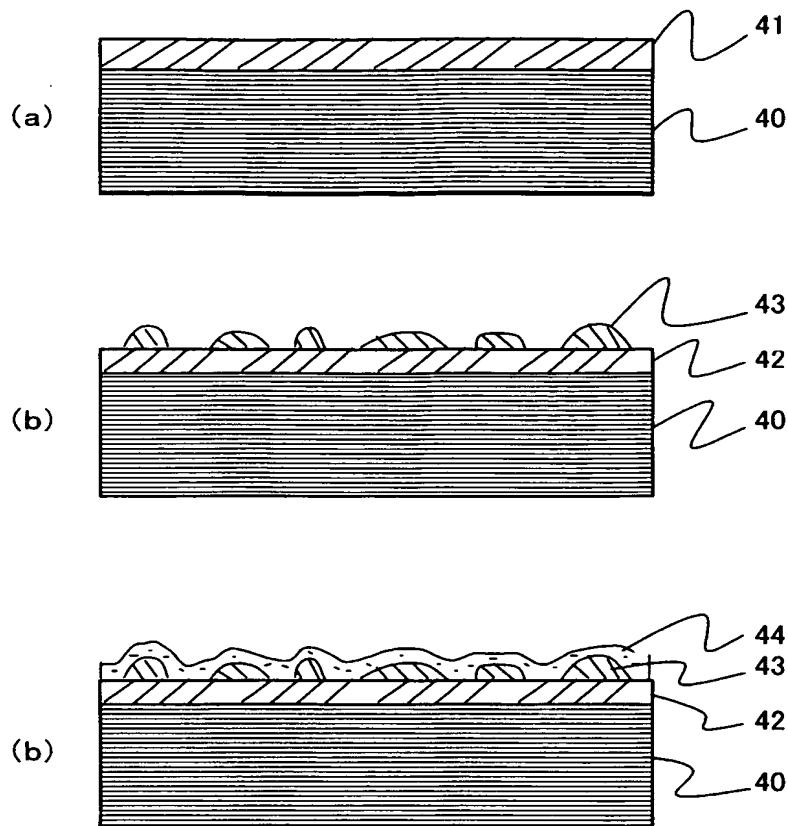
43 B相

【書類名】 図面

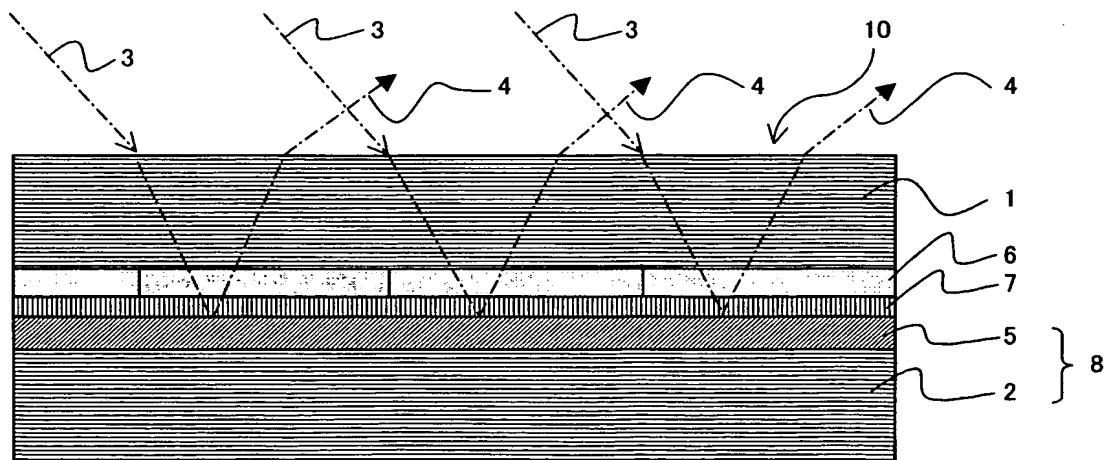
【図 1】



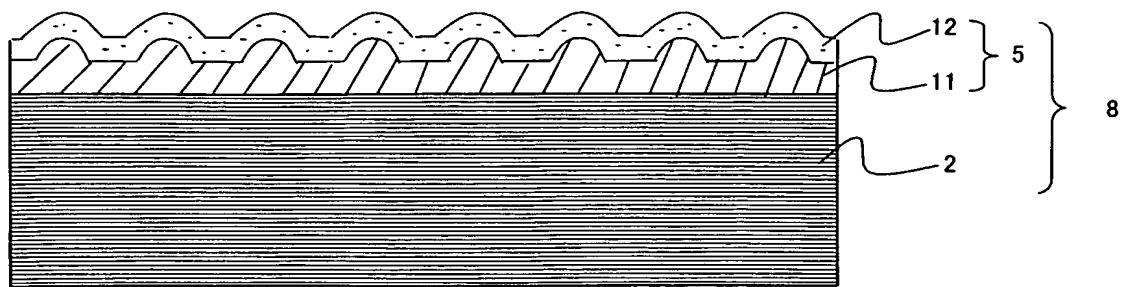
【図2】



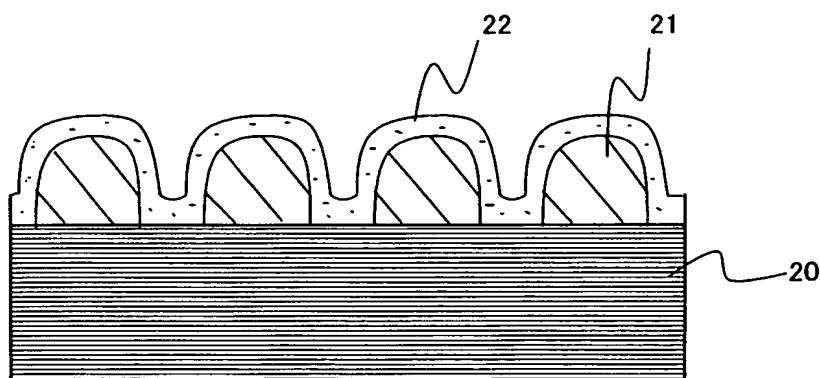
【図3】



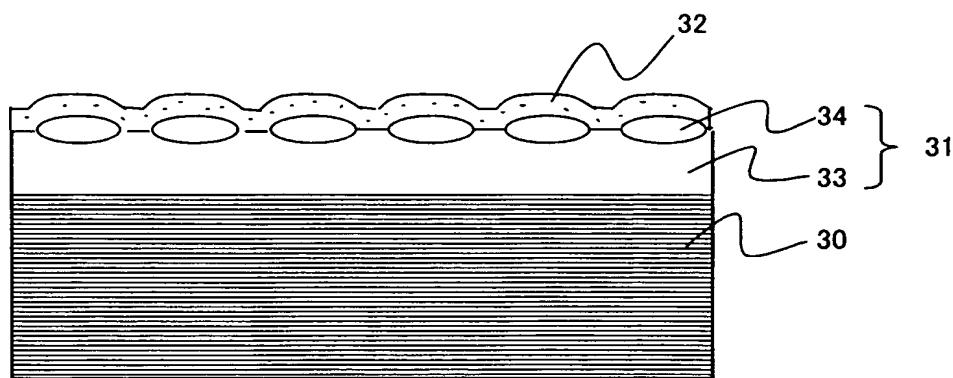
【図4】



【図5】



【図6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 無機材料からなる反射膜との密着性を向上させると共に、反射膜の光学特性が変質するのを防止することができる凸常膜、及び少ない工程で表面粗さを自在に制御することができる凸状膜の形成方法を提供する。

【解決手段】 複数種類の金属化合物及び溶媒を混合してゾル状塗布液を作成し、作成されたゾル状塗布液をガラス基板に塗布して、混合層をガラス基板上に形成し、ガラス基板上の混合層を乾燥することにより、溶媒を揮発させると共に、上層及び下層の相分離を行って、内部散乱層を形成する。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-273665
受付番号	50101327998
書類名	特許願
担当官	第一担当上席 0090
作成日	平成13年 9月11日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成13年 9月10日
-------	-------------

次頁無

特願 2001-273665

出願人履歴情報

識別番号 [00004008]

1. 変更年月日 2000年12月14日
[変更理由] 住所変更
住 所 大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号
氏 名 日本板硝子株式会社

2. 変更年月日 2004年 7月 1日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都港区海岸二丁目1番7号
氏 名 日本板硝子株式会社